(19)日本国特許庁（ＪＰ）　(12)公開特許公報（Ａ）　(11)特許出願公開番号

特開平9－20981

(43)公開日　平成９年(1997)１月21日

(51)Int.Cl.[6]	識別記号	庁内整理番号	ＦＩ	技術表示箇所
Ｃ２３Ｃ　16/26			Ｃ２３Ｃ　16/26	
Ｂ２３Ｂ　27/14			Ｂ２３Ｂ　27/14	Ａ
Ｂ２３Ｐ　15/28			Ｂ２３Ｐ　15/28	Ａ
Ｃ３０Ｂ　29/04		7202－4Ｇ	Ｃ３０Ｂ　29/04	Ｘ

審査請求　未請求　請求項の数５　ＦＤ　（全８頁）

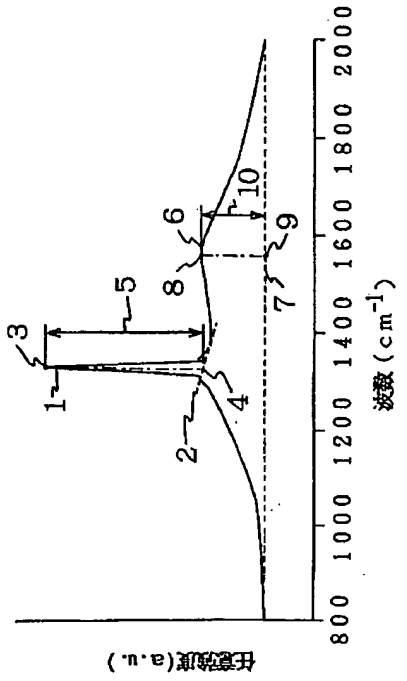
(21)出願番号　特願平7－189712

(22)出願日　平成７年(1995)７月４日

(71)出願人　390003193
東洋鋼鈑株式会社
東京都千代田区霞が関１丁目４番３号
(72)発明者　丹花　通文
山口県新南陽市川崎二丁目17番地20号
(72)発明者　北川　貴裕
山口県下松市大字西豊井1633番地
(74)代理人　弁理士　太田　明男

(54)【発明の名称】　ダイヤモンド被覆工具

(57)【要約】
【課題】粉末冶金法により製造される窒化ケイ素などの硬質粉末の圧粉体、あるいは仮焼結体の加工に用いる、気相合成法によるダイヤモンド皮膜を被覆した長寿命のダイヤモンド被覆工具を提供する。
【解決手段】気相合成法により基体上にダイヤモンド皮膜を形成させる際に、原料である水素に対する炭化水素の供給割合、あるいは基体温度を制御してダイヤモンドと非ダイヤモンド炭素からなる皮膜を形成させ、かつ、皮膜中の非ダイヤモンド炭素の含有率を調整してダイヤモンドの切削性と非ダイヤモンド炭素の潤滑効果を兼備させたダイヤモンド被覆基体とする。



1

【特許請求の範囲】

【請求項１】　基体と、気相合成法により該基体上に形成された、ダイヤモンドと非ダイヤモンド炭素とで構成される皮膜からなる第１の層を被覆したダイヤモンド被覆工具。

【請求項２】　前記第１の層が、ラマン分光法を用いて測定したダイヤモンドに対する非ダイヤモンド炭素のスペクトル強度比が３．０～１８．０である皮膜であることを特徴とする、請求項１に記載のダイヤモンド被覆工具。

【請求項３】　前記皮膜が、少なくとも２層からなり、前記第１の層を最上層とし、その下層に、少なくとも１層のダイヤモンドと非ダイヤモンド炭素とで構成される第２の層を有する複層の皮膜であることを特徴とする、請求項１に記載のダイヤモンド被覆工具。

【請求項４】　前記工具を、基台に取り付けた、請求項１～３のいずれかに記載のダイヤモンド被覆工具。

【請求項５】　基体上に、気相合成法によりダイヤモンドと非ダイヤモンド炭素とで構成される皮膜を形成させたのち、前記皮膜を該基体から剥離し、剥離した前記皮膜を基台に固着するダイヤモンド被覆工具の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【０００１】

【発明の属する技術分野】本発明は、粉末冶金法により製造される窒化ケイ素などの硬質粉末の圧粉体、あるいは仮焼結体の加工に用いる、気相合成法によるダイヤモンド皮膜を被覆したダイヤモンド被覆工具に関する。

【従来の技術】粉末冶金法により製造される窒化ケイ素などの硬質粉末の圧粉体、あるいは仮焼結体（以下圧粉体、および仮焼結体を総称してグリーンという）を加工する場合、工具の摩耗が激しく工具寿命が著しく短く、工具の長寿命化が求められている。これらのグリーンを加工するために、グリーンの硬質粉末より高い硬度を有するダイヤモンド工具を用いることが考えられるが、ダイヤモンド工具によるグリーンの加工に関する記載は殆ど見受けられない。数少ない一例として、ダイヤモンド被覆工具による窒化ケイ素グリーン成形体の加工に関する記載が、出光石油化学株式会社開発部ダイヤモンドＰＪから、１９９１年６月２５日に「ダイヤモンドコーティング工具（出光ダイヤブラスＲ）によるセラミックスの切削」に報告されている。この報告によると窒化ケイ素基体に、気相合成法により直接ダイヤモンドを１０μｍ被覆した工具を用いて窒化ケイ素からなるグリーンを３００ｍ切削したところ、焼結ダイヤモンド工具による場合よりも摩耗量が少なく、工具としての特性が向上することが報告されている。しかし、この方法による場合は、ダイヤモンド被覆層が１０μｍと薄いために、３００ｍ程度の短い切削距離でダイヤモンド層が摩耗して窒化ケイ素基体が露出し、以後急激に摩耗が進行するという問題を有している。

2

【０００２】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、粉末冶金法により製造される窒化ケイ素などの硬質粉末の圧粉体、あるいは仮焼結体の加工に用いる、気相合成法によるダイヤモンド皮膜を被覆した、長寿命のダイヤモンド被覆工具を提供することを課題としている。

【課題を解決するための手段】本発明のダイヤモンド被覆工具は、基体と、気相合成法により該基体上に形成された、ダイヤモンドと非ダイヤモンド炭素とで構成される皮膜からなる第１の層を被覆したものである。この第１の層は、ラマン分光法を用いて測定したダイヤモンドに対する非ダイヤモンド炭素のスペクトル強度比が３．０～１８．０である皮膜であることが望ましく、また皮膜が、少なくとも２層からなり、前記第１の層を最上層とし、その下層に、少なくとも１層のダイヤモンドと非ダイヤモンド炭素とで構成される第２の層を有する複層の皮膜であることも好ましい。さらに本発明のダイヤモンド被覆工具は、工具を基台に取り付けたものであることが望ましい。この工具の製造方法は、気相合成法によりダイヤモンドと非ダイヤモンド炭素とで構成される皮膜を形成させたのち、皮膜を基体から剥離し、剥離した皮膜を基台に固着するものであることが望ましい。

【０００３】

【発明の実施の形態】本発明においては、気相合成法により基体上にダイヤモンド皮膜を形成させる際に、原料である水素に対する炭化水素の供給割合、あるいは基体温度を制御してダイヤモンドと非ダイヤモンド炭素からなる皮膜を形成させ、かつ、皮膜中の非ダイヤモンド炭素の含有率を調整してダイヤモンドの切削性と非ダイヤモンド炭素の潤滑効果を兼備させたダイヤモンド被覆基体とすることにより、粉末冶金法により製造される窒化ケイ素などの硬質粉末の圧粉体、あるいは仮焼結体を加工する場合の、耐摩耗性に優れた寿命の長いダイヤモンド被覆工具として適用可能であることが判明した。

【０００４】以下、本発明を実施例により、詳細に説明する。本発明の、気相合成法によりダイヤモンド皮膜を形成させる基体としては、珪素、モリブデン、タングステン、ニオブ、鉄、銅、銀、金、白金、マンガン、ニッケル、コバルト、タンタル、チタン、クロム、ジルコニウムなどの金属、ボロン、黒鉛などの非鉄金属単体、炭化珪素、炭化タングステン、炭化チタン、炭化タンタルなどの炭化物、アルミナ、シリカ、ジルコニアなどの酸化物、窒化ボロン、窒化ケイ素、窒化チタンなどの窒化物、炭化タングステンとコバルト、またはニッケルを主体とする超硬合金、あるいはこれにさらに炭化チタン、および／または炭化タンタルを添加したものなどが使用可能である。中でも、基体上に析出するダイヤモンドと熱膨張係数の差が小さいものが好ましく、かつ経済性および実用性の見地から、モリブデン、タングステン、珪素、炭化タングステン、炭化珪素、窒化珪素、および炭

化タングステンとコバルトを主体とする超硬合金などが本願発明のダイヤモンド皮膜を形成させる基体として好ましい。

【０００５】ダイヤモンド皮膜と基体との密着性を高めるために、基体表面にはレーザ照射などにより、窪みを設けてもよい。基体表面に窪みを形成させる手段としては、例えばＹＡＧレーザを用いることが望ましいが、エキシマレーザ、炭酸ガスレーザなどのレーザや、あるいはイオンビーム、フォトレジストなどの他の手段を用いても差し支えない。上記の基体表面上に、水素と炭化水素からなる作動気体中で気相合成法を用いてダイヤモンド皮膜を形成させる。気相合成法としてはマイクロ波プラズマＣＶＤ法、熱フィラメントＣＶＤ法、ＤＣプラズマＣＶＤ法、ＲＦプラズマＣＶＤ法などを適用することができるが、本発明には成膜条件の制御が容易な、マイクロ波プラズマＣＶＤ法を用いることが好ましい。

【０００６】作動気体の炭素源となる炭化水素としては、メタン、エタン、プロパン、ブタンなどの飽和炭化水素、エチレン、プロピレン、アセチレンなどの不飽和炭化水素、メタノール、エタノール、ブタノール、イソプロパノールなどのアルコール類、アセトン、メチルエチルケトンなどのケトン類、ベンゼン、トルエンなどの芳香族化合物などが使用可能であるが、経済性、および実用性の点でメタンの使用が好ましい。これらの炭化水素の水素に対する供給割合を制御することによって、得られるダイヤモンド皮膜中の非ダイヤモンド炭素の含有率を調整することができる。炭化水素の供給割合を高くすると、非ダイヤモンド炭素の含有率が高くなり、炭化水素の供給割合を低くすると、非ダイヤモンド炭素含有率が低くなる。場合によってはこの混合気体に、アルゴンなどの不活性気体を添加して混合し、希釈して使用することも可能である。

【０００７】この作動気体中でマイクロ波出力を印加し、基体上にダイヤモンド皮膜を形成させる。このとき基体を加熱あるいは冷却するか、あるいはマイクロ波出力により基体温度を制御することによって、得られるダイヤモンド皮膜中の非ダイヤモンド炭素の含有率を調整することができる。基体温度を低くするとダイヤモンド中の非ダイヤモンド炭素含有率が高くなり、基体温度を高くすると、非ダイヤモンド炭素含有率が低くなる。本発明においては、ダイヤモンド皮膜中の非ダイヤモンド炭素の含有率を、イギリスＲＥＮＩＳＨＡＷ社製顕微ラマンシステム２０００を用いてダイヤモンド皮膜のラマン分光を測定し、ダイヤモンドのスペクトル強度に対する非ダイヤモンド炭素のスペクトル強度の比として表した。ラマン分光の測定は一辺が３．５ｍｍの正三角形で、約０．２５ｍｍの厚さのダイヤモンドを測定試料とし、出力：２５ｍＷ、スポット径：２μｍのヘリウムーネオンレーザを用いて実施した。図１にラマン分光スペクトルの一例を示し、本図に基づいてダイヤモンドのスペクトルに対する非ダイヤモンド炭素のスペクトルの強度比の決め方を説明する。図１において、まずピークが１３３２ｃｍ$^{-1}$にあるダイヤモンドのスペクトルについて、スペクトルの立ち上がり開始部と終了部の間でベースライン１を引き、１３３２ｃｍ$^{-1}$のピークの頂点から下した垂線とベースライン１との交点までの任意強度（ａ．ｕ．）の差をダイヤモンドのスペクトル強度とする。引きつづいて、ダイヤモンドと非ダイヤモンド炭素の混合スペクトルの裾野の一方の麓である８００ｃｍ$^{-1}$と他方の麓である２０００ｃｍ$^{-1}$の間でベースライン２を引き、ピークが１５８０ｃｍ$^{-1}$にある、非ダイヤモンド炭素のスペクトルのピークの頂点から下した垂線とベースライン２との交点までの任意強度の差を非ダイヤモンド炭素のスペクトル強度とし、ダイヤモンドのスペクトル強度に対する非ダイヤモンド炭素のスペクトル強度の比をもってスペクトル強度比とした。なお、スペクトル強度比の決定は、スパッター直後の皮膜で測定したスペクトル強度、およびスパッターし、さらにダイヤモンド析出表面を研磨した後の皮膜で測定したスペクトル強度のいずれを用いて決定しても差し支えない。

【０００８】ラマン分光によるダイヤモンドに対する非ダイヤモンド炭素の好ましいスペクトル強度比の範囲は３．０～１８．０のであり、５．０～１５．０の範囲がより好ましい。１８．０を越えると非ダイヤモンド炭素含有率が高くなり、皮膜の硬度が低下し、摩耗が激しくなる。逆に３．０未満になると皮膜の硬度は上昇するが潤滑性が低下し、局部的な異常摩耗が進行する。上記のようにして得られたダイヤモンド被覆物は、ダイヤモンド析出表面を研磨した後、使用に供されることが好ましい。このようにして得られたダイヤモンド被覆物は、基体の性状により、そのままダイヤモンド被覆工具として使用できるが、被覆基体をレーザなどで切り出した後、切削バイトなどの基台にロー付けなどの方法を用いて固着したダイヤモンド被覆工具として使用することもできる。あるいは、被覆基体を酸などの溶液中に浸漬し、基体のみを溶解除去するなどの方法を用いて、基体上に形成したダイヤモンド皮膜を基体から剥離し、レーザで所望の形状に切り出した後、工具基体にロー付などの方法を用いて固着したダイヤモンド被覆工具としても使用できる。

【０００９】

【実施例】

（実施例１）ダイヤモンド皮膜を形成させる基体として、放電焼結法を用いて作成された炭化タングステンと不可避的不純物のみからなる、市販の超硬合金工具（ＪＩＳＫ１０　ＴＮＧＡ１６０４０８）と同一の形状に成形された、３．３μｍの平均粒径を有するコバルトフリーの超硬合金を準備した。この基体表面に、マイクロ波プラズマＣＶＤ法により作動圧力を７０ｔｏｒｒとし、表１に示す条件で気相合成法により、２５０μｍの厚さ

のダイヤモンド皮膜を第１の層として形成させた。このようにして得られたダイヤモンド皮膜のラマン分光を測定して、ダイヤモンドに対する非ダイヤモンド炭素のスペクトル強度比を求めた結果を表２に示す。得られたダイヤモンド被覆超硬合金のダイヤモンド析出表面を研磨した後、下記に示す条件で、１次平均粒子系が０．８μｍからなる窒化ケイ素粉末を１．５ｔ／ｃｍ²でＣＩＰ成形した窒化ケイ素グリーン成形体（密度 ２．２ｇ／ｃｍ³）を４００ｍ切削加工して、工具の逃げ面摩耗量を測定した。比較工具として東芝タンガロイ(株)の焼結ダイ＊ヤモンド工具ＤＸ１６０（ＴＮＧＡ１６０４０８）を用い、同一の窒化ケイ素グリーン成形体を４００ｍ切削加工し工具の逃げ面摩耗量を測定した。結果を表２に示す。本発明の実施例のダイヤモンド被覆超硬合金は、汎用の焼結ダイヤモンド工具より優れた耐摩耗性を示す。これに対し、比較例のダイヤモンド被覆超硬合金は耐摩耗性が汎用の焼結ダイヤモンド工具より劣る。

【００１０】

【表１】

試料番号	第１の層の合成条件			
	基板温度(℃)	水素流量(SCCM)	メタン流量(SCCM)	マイクロ波出力(W)
1	８８０	９８	２	１２００
2	８８０	９５	５	１２００
3	８８０	９２	８	１２００
4	８８０	９０	１０	１２２０
5	８８０	９５	５	１２５０
6	８８０	９９	１	１２００
7	８８０	９５	５	１０００
8	８８０	９５	５	１３５０

【００１１】

【表２】

試料番号	スペクトル強度比	逃げ面摩耗量（μm）	区　分
1	3．38	47．5	実施例
2	8．26	52．0	実施例
3	12．80	60．5	実施例
4	17．85	89．0	実施例
5	0．07	72．0	実施例
6	6．23	46．5	実施例
7	19．58	94．5	比較例
8	0．41	103．0	比較例
DX160	－	65．5	比較基準

[切削加工条件]
工作機械：池貝鉄工(株)ＣＮＣ旋盤ＡＸ２５II
切削方式：乾式外周長手旋削
切削速度：４０ｍ／ｍｉｎ
送り　　：０．０５ｍｍ／ｒｅｖ
切り込み：１．０ｍｍ

【００１２】（実施例２）ダイヤモンド皮膜を形成させる基体として、２５ｍｍ角の単結晶シリコン基板（１００）を準備した。この基体表面に、マイクロ波プラズマＣＶＤ法により作動圧力を７０ｔｏｒｒとし、表３に示す条件で気相合成法により、２５０μｍの厚さのダイヤモンド皮膜を第１の層として形成させた。このようにして得られたダイヤモンド皮膜のラマン分光を測定して、ダイヤモンドに対する非ダイヤモンド炭素のスペクトル強度比を求めた結果を表４に示す。引きつづいて、フッ化水素酸と硝酸の混合液に浸漬しシリコン基体を溶解除去し、得られたダイヤモンド被覆基体の析出表面を研磨した後、レーザで切り出して超硬合金（ＪＩＳ　Ｋ１０　ＴＮＧＡ１６０４０８）の工具基体にロー付けしてダイヤモンド被覆工具とした。このようにして得られたダイヤモンド被覆工具を用い、実施例１に示した切削加工条件と同一の条件で、窒化ケイ素グリーン成形体を切削加工して、工具の逃げ面摩耗量を測定した。結果を表４に示す。本発明の実施例のダイヤモンド被覆超硬合金は、汎用の焼結ダイヤモンド工具より優れた耐摩耗性を示す。これに対し、比較例のダイヤモンド被覆超硬合金は耐摩耗性が汎用の焼結ダイヤモンド工具より劣る。

【００１３】
【表３】

試料番号	気相合成条件			
	基板温度(℃)	水素流量(SCCM)	メタン流量(SCCM)	マイクロ波出力(W)
9	９００	９７	３	１２００
10	８８０	９７	３	１２００
11	８５０	９７	３	１２００
12	８５０	９５	５	１２５０
13	９４０	９８	２	１２２０

【００１４】　　＊　＊【表４】

試料番号	スペクトル強度比	逃げ面摩耗量（μm）	区　分
9	８．２７	５６．０	実施例
10	５．４０	４７．５	実施例
11	７．０７	４５．０	実施例
12	１８．５３	１１０．０	比較例
13	０．４１	８８．０	比較例
ＤＸ１６０	－	６５．５	比較基準

【００１５】（実施例３）ダイヤモンド皮膜を形成させる基体として、直径が３０ｍｍの超硬合金の丸棒をワイヤー放電加工法を用いて０．７ｍｍの厚さに切り出した。この表面にＹＡＧレーザで孔径が０．００５で深さが０．０００１ｍｍで点の間隔が０．５ｍｍの窪みを形成した。この基体表面に、マイクロ波プラズマＣＶＤ法により作動圧力を７０ｔｏｒｒとし、表５に示す条件で第２の層として１２５μｍの厚さのダイヤモンド皮膜を形成させ、引きつづいて表５に示すように製膜条件を変更して第１の層として１２５μｍの厚さのダイヤモンド皮膜を形成させた。得られたダイヤモンド被覆超硬合金のダイヤモンドの析出表面を研磨した後、レーザで切り出して超硬合金（ＪＩＳＫ１０　ＴＮＧＡ１６０４０８）にロー付けして、ダイヤモンド被覆工具とした。このようにして得られたダイヤモンド被覆工具を用いて、実施例１に示した切削加工条件と同一の切削加工条件で窒化ケイ素グリーン成形体を３５００ｍ切削加工して、工具の逃げ面摩耗量を測定した。比較工具として東芝タンガロイ(株)の焼結ダイヤモンド工具ＤＸ１６０（ＴＮＧＡ１６０４０８）を用い、同一条件で窒化ケイ素グリーン成形体を切削加工し、工具の逃げ面摩耗量を測定した。結果を表６に示す。本発明の実施例のダイヤモンド被覆超硬合金は、汎用の焼結ダイヤモンド工具より優れた耐摩耗性を示す。これに対し、比較例のダイヤモンド被覆超硬合金は耐摩耗性が汎用の焼結ダイヤモンド工具より劣る。

【００１６】

【表５】

11　　12

試料番号	気相合成条件	
	第１の層の気相合成条件	第２の層の気相合成条件
14	試料番号　4	試料番号　12
15	試料番号　2	試料番号　10
16	試料番号　8	試料番号　7
17	試料番号　8	試料番号　4

【００１７】

＊　＊【表６】

試料番号	逃げ面摩耗量（μm）	区　分
14	１５２．５	実施例
15	１３７．５	実施例
16	２１０．０	比較例
17	１９２．０	比較例
ＤＸ１６０	１７２．５	比較基準

本発明の実施例に示すように、ダイヤモンドの気相合成法において、ダイヤモンド皮膜中の非ダイヤモンド炭素含有率を調整することにより、窒化ケイ素グリーン成形体の加工において、焼結ダイヤモンド工具よりも寿命の長いダイヤモンド被覆工具が得られる。

【００１８】

【発明の効果】以上で説明したように、本願発明により、窒化ケイ素グリーン成形体の加工において、工具寿命の長い気相合成法によるダイヤモンド被覆工具の提供が可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図１】気相合成法によるダイヤモンドのラマン分光による測定の一例である。

【符号の説明】

1　ダイヤモンドのスペクトル
2　ベースライン１
3　ダイヤモンドのスペクトルのピークの頂点
4　ダイヤモンドのスペクトルのピークの頂点から下した垂線とベースライン１との交点
5　ダイヤモンドのスペクトル強度
6　非ダイヤモンド炭素のスペクトル
7　ベースライン２
8　非ダイヤモンド炭素のスペクトルのピークの頂点
9　非ダイヤモンド炭素のスペクトルのピークの頂点から下した垂線とベースライン２との交点
10　非ダイヤモンド炭素のスペクトル強度

【図1】

